

**JP63191841 - JOINT SEALANT OF DEFINITE FORM**

Publication number	Publication date	Application number	Application date
JP63191841	09 August 1988	JP19870024256	04 February 1987

Priority:

Equivalents:

JP1910256C JP5042976B [Order equivalents]

Applicant(s) / Assignee (s):

TORAY SILICONE CO LTD

Inventor(s):

TSUNOMURA SHINICHI

others: 02

IPC:

C08J9/06 E04B1/68

**Abstract:**

**PURPOSE:** To obtain the title sealant which can be easily inserted into a joint, can resist to peeling off for a long time after insertion and excels in fire resistance, comprising a specified amount of a platinum catalyst and a specified amount of a ceramic-forming agent.

**CONSTITUTION:** An expandable silicone rubber composition (A) is obtained by mixing 100pts.wt. raw diorganopolysiloxane rubber such as raw dimethylsiloxane/methylvinylsiloxane copolymer rubber end-blocked with dimethylvinylsiloxy groups is mixed with 10-80pts.wt. filler (b) such as fused silica, 0.3-6.0pts.wt. organic peroxide (c) such as benzoyl peroxide and 0.05-15 pts.wt. heat-decomposable blowing agent (d) such as azobisisobutyronitrile.

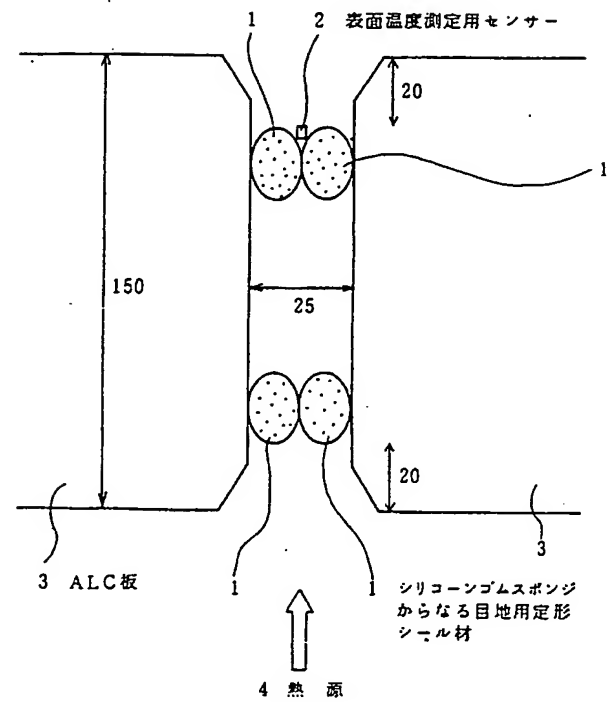
Component A is mixed with 1-2,000ppm (in terms of platinum) platinum catalyst (B) and 5-45wt.% ceramic forming agent (C) such as glass, clay mineral or aluminum silicate, and the obtained mixture is expanded and cured so that a foam of a desired size, a desired shape and a degree of expansion of 2-5 is obtained as the title sealant.

- 1 … シリコンゴムスポンジからなる目地用定形シール材
- 2 … 表面温度測定用センサー
- 3 … ALC板
- 4 … 熱源

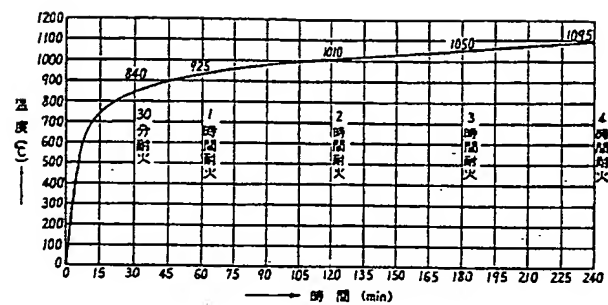
第 1 図

特許出願人

トーレ・シリコン株式会社



第 2 図



⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭63-191841

⑪ Int.Cl.<sup>4</sup>

C 08 J 9/06  
E 04 B 1/68

識別記号

CFH

庁内整理番号

8517-4F  
D-8504-2E

⑬ 公開 昭和63年(1988)8月9日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全7頁)

⑭ 発明の名称 目地用定形シール材

⑮ 特 願 昭62-24256

⑯ 出 願 昭62(1987)2月4日

⑰ 発 明 者 角 村 真 一 千葉県市原市青葉台7丁目32番3号  
⑱ 発 明 者 樋 口 和 男 千葉県市原市有秋台西1丁目6番地  
⑲ 発 明 者 青 木 康 文 千葉県船橋市三山9丁目46番6号  
⑳ 出 願 人 トーレ・シリコーン株 東京都中央区日本橋室町2丁目3番16号  
式会社

明 細 書

れている。

(発明が解決しようとする問題点)

1. 発明の名称

目地用定形シール材

2. 特許請求の範囲

1 白金系触媒を白金原子として1~2000 ppmとセラミック化剤を5~45重量%含有するシリコーンゴムスポンジからなることを特徴とする目地用定形シール材。

2 シリコーンゴムスポンジの発泡倍率が2~5倍である特許請求の範囲第1項記載の目地用定形シール材。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は、目地用定形シール材に関し、詳しくは耐火性にすぐれたシリコーンゴムスポンジからなる目地用定形シール材に関する。

(従来の技術)

従来、シリコーンゴムからなる目地用定形シール材が知られており、建築物等に使用さ

ところが、シリコーンゴムからなる目地用定形シール材は弾力が強いので目地に挿入しにくく使用しにくいという欠点がある。そこで、特公昭44-461号公報に記載されたシリコーンゴムスポンジを目地用定形シール材とすることも考えられる。しかしながら、シリコーンゴムスポンジからなる目地用定形シール材は火災時の高温に曝露された場合に容易に燃焼して消失したり、目地から脱落してシール材としての機能を果さなくなるという欠点がある。

そこで、本発明者らは従来公知の目地用定形シール材の欠点を解消すべく鋭意研究した結果、本発明を完成するに至った。

本発明の目的は、目地に挿入しやすく、挿入後は長時間目地より脱落しにくく、かつ、火災時に高温に曝露された場合燃焼しにくく、セラミック化してシール性能を維持する、す

なわち、耐火性のすぐれた目地用定形シール材を提供することにある。

(問題点を解決するための手段とその作用)

この目的は、白金系触媒を白金原子として1~2000ppmとセラミック化剤を5~45重量%含有するシリコーンゴムスポンジを目地用定形シール材とすることにより達成される。これを説明すると、シリコーンゴムスポンジは、発泡性シリコーンゴム組成物を発泡させつつ硬化させるか、発泡後硬化させたものであり、その代表例として熱硬化シリコーンゴム組成物に発泡剤を配合し、加熱により発泡剤を分解させて硬化させたもの、および脱水素縮合反応により発泡しつつ硬化するシリコーンゴム組成物を常温下または加熱下硬化させたものがある。

熱硬化性シリコーンゴム組成物に発泡剤を配合したものとしては、ジオルガノポリシロキサン生ゴム、充填剤、特に補強性シリカ充填剤、有機過酸化物および熱分解性発泡剤

を主剤とするものならびにビニル基含有ジオルガノポリシロキサン、オルガノハイドロジェンポリシロキサン、補強性充填剤、特に補強性シリカ充填剤、白金系触媒および熱分解性発泡剤を主剤とするものが例示される。ここで、

(イ) ジオルガノポリシロキサン生ゴム、  
(ロ) 充填剤、特に補強性シリカ充填剤、  
(ハ) 有機過酸化物および(ニ) 熱分解性発泡剤を主剤とするものの方が使用可能な熱分解性発泡剤の種類が多い点で好ましい。

(イ) 成分のジオルガノポリシロキサン生ゴムを構成するジオルガノポリシロキサンとしてはジメチルポリシロキサン、ジメチルシロキサン・メチルビニルシロキサン共重合体、ジメチルシロキサン・メチルフェニル~~シロキサン~~<sup>シロキサン</sup>、ジメチルシロキサン・メチルフェニル~~シロキサン~~<sup>シロキサン</sup>・メチルビニルシロキサン共重合体が例示され、その末端基としてはジメチルビニルシロキシ基、メチルフェニル

ビニルシロキシ基、ジメチルヒドロキシシロキシ基が例示される。

(ロ) 成分の充填剤、特にシリカ充填剤としてはフュームドシリカ、沈降法シリカ、石英微粉末、けいそう土が例示され、(ハ) 成分としての有機過酸化物としては、ベンゾイルパーオキシド、 $\alpha$ -クロルベンゾイルパーオキシド、2,4-ジクロルベンゾイルパーオキシド、 $\alpha$ -ブチルパーベンゾエート、ジクミルパーオキシド、2,5-ビス( $\alpha$ -ブチルパーオキシ)-2,5-ジメチルヘキサンが例示され、(ニ) 成分の熱分解性発泡剤としてはアゾビスイソブチロニトリル、アゾビスホルムアミド、ジニトロソベンタメチレンテトラミン、N,N-ジメチル-N,N'-ジニトロソテレフタルアミド、ベンゼンスルフォニルヒドラジド、トルエンスルフォニルヒドラジンが例示される。

(イ) 成分~(ニ) 成分の配合比の代表例は、(イ) 成分100重量部、(ロ) 成分10

~80重量部、好ましくは20~60重量部、(ハ) 成分0.3~6.0重量部、(ニ) 成分0.05~1.5重量部である。

(イ) 成分~(ニ) 成分の他に、任意成分として $\alpha$ ,  $\omega$ -ジヒドロキシジメチルシロキサンオリゴマー、ジフェニルシランジオールのような可塑剤；水酸化セリウム、酸化セリウム、酸化第2鉄のような耐熱剤；カーボンブラック、二酸化チタンのような顔料；難燃性向上剤などを配合してもよい。

脱水素縮合反応により発泡しつつ硬化するシリコーンゴム組成物としては、(ホ) 常温で液状の $\alpha$ ,  $\omega$ -ジヒドロキシジオルガノポリシロキサン、(ヘ) 常温で液状のオルガノハイドロジェンポリシロキサンおよび(ト) 白金系触媒を主剤とするもの、これにさらに(チ) 常温で液状の $\alpha$ ,  $\omega$ -ジビニルジオルガノポリシロキサンを添加混合したものが例示されるが、硬化後の機械的強度の点で(ホ) 成分~(チ) 成分からなるものが好ましい。

(ホ)成分の $\alpha$ 、 $\omega$ -ジヒドロキシジオルガノポリシロキサンとして $\alpha$ 、 $\omega$ -ジヒドロキシジメチルポリシロキサン、 $\alpha$ 、 $\omega$ -ジヒドロキシメチルフェニルポリシロキサン、 $\alpha$ 、 $\omega$ -ジヒドロキシジメチルシロキサン・メチルフェニルシロキサン共重合体、 $\alpha$ 、 $\omega$ -ジヒドロキシジメチルシロキサン・メチルヘキシルシロキサン共重合体が例示され、その粘度は25℃において20～1,000,000CS、特に20～100,000CSであることが好ましい。

(ハ)成分のオルガノハイドロジェンポリシロキサンは架橋剤として機能するので1分子中にケイ素原子結合水素原子を少なくとも3個有しており、これにはメチルハイドロジェンポリシロキサン、メチルフェニルハイドロジェンポリシロキサン、ジメチルシロキサンとメチルハイドロジェンシロキサンの共重合体が例示され、末端基としてトリメチルシロキシ基、ジメチルフェニルシロキシ基、ジメチルハイドロジェンシロキシ基が例示され、

シロキサン共重合体、ジメチルシロキサン・メチルフェニルシロキサン・メチルビニルシロキサン共重合体が例示され、その粘度は10～1,000,000CSであることが好ましい。

(ホ)成分～(ト)成分からなる発泡性シリコーンゴム組成物は、(ハ)成分中のケイ素原子結合水素原子のモル数が(ホ)成分中のケイ素原子結合ヒドロキシ基のモル数と同等以上であり、(ト)成分中の白金原子がセラミック化剤をも含有する発泡性シリコーンゴム組成物全体の1～2000ppmであるような配合比が好ましい。

(ホ)成分～(チ)成分からなるシリコーンゴム組成物は、(ハ)成分中のケイ素原子結合水素原子のモル数が(ホ)成分中のケイ素原子結合ヒドロキシ基のモル数と(チ)成分中のケイ素原子結合ビニル基のモル数の合計量と同等以上であり、(ト)成分中の白金原子がセラミック化剤をも含有する発泡性シリコーンゴム組成物の1～2000ppmであ

その粘度は25℃において1～10,000CSが好ましく、その分子構造は直鎖状、分枝鎖状、環状、網状のいずれでもよい。(ト)成分の白金系触媒は(ホ)成分のケイ素原子結合ヒドロキシ基と(ハ)成分のケイ素原子結合水素原子の脱水素縮合反応触媒として機能し、これには微粒子状白金、炭素粉末担体上に吸着させた微粒子状白金、塩化白金、塩化白金酸、塩化白金酸のオレフィン錯体、塩化白金酸とジビニルテトラメチルジシロキサンの錯体、アルコール変性塩化白金酸、白金黒が例示される。

(チ)成分は、そのケイ素原子結合ビニル基が(ハ)成分のケイ素原子結合水素原子とハイドロシリレーション反応して架橋し、硬化物の強度を向上させる。これには両末端がビニルジメチルシロキシ基、ビニルメチルフェニルシロキシ基などで封鎖されたジメチルポリシロキサン、メチルフェニルポリシロキサン、ジメチルシロキサン・メチルビニルシ

るような配合比が好ましい。

上記いずれのシリコーンゴム組成物においても(ト)成分中の白金原子がセラミック化剤をも含有する発泡性シリコーンゴム組成物の1～500ppmであるような配合比がより好ましい。

脱水素縮合反応により発泡しつつ硬化するシリコーンゴム組成物は、上記(ホ)成分～(ト)成分または(ホ)成分～(チ)成分の他に任意成分として充填剤、特にシリカ充填剤；水酸化セリウム、酸化セリウム、酸化第2鉄のような耐熱剤；カーボンブラック、二酸化チタンのような顔料兼難燃性向上剤、メチルブチノール、ベンゾトリアゾールのような縮合反応遅延剤などを配合してもよい。

上記発泡性シリコーンゴム組成物はいずれのタイプのものであっても白金系触媒とセラミック化剤を配合することが必要である。ただし、上記発泡性シリコーンゴム組成物が硬化触媒として白金系触媒を含有するときは別

途白金系触媒を配合することは必ずしも必要でない。

別途配合する白金系触媒としては、硬化触媒としての白金系触媒と同様なものが例示され、その配合量は白金原子合計量としてセラミック化剤をも含有する発泡性シリコンゴム組成物全体の1~2000ppmとなるような量であり、好ましくは1~500ppmとなるような量である。白金系触媒はシリコンゴムスポンジを難燃化するとともに、セラミック化剤のセラミック化能を助長する。セラミック化剤はシリコンゴムスポンジが火災時の高温に曝露されたときにシリコンゴムをセラミック状に変化させる作用をする。

このようなセラミック化剤としてガラス；アスベスト、カオリン、モンモリロナイトのような粘度鉱物；雲母、タルク、ケイ酸アルミニウム、ケイ酸マグネシウム、ケイ酸亜鉛、ケイ酸ジルコニウム、ケイ酸チタニウム、アルミナ、酸化マグネシウム、ジルコニア、タ

ングステンカーバイド、チタンカーバイド、モリブデンカーバイド、シリコンカーバイド、ケイ酸カルシウムアルミニウム、ケイ酸マグネシウムアルミニウム、ケイ酸リチウムアルミニウムが例示され、その配合量は発泡性シリコンゴム組成物全体5~45重量%である。

5重量%未満ではセラミック化が不十分となり、45重量%を超えるとゴム弾性が低下するからである。

白金系触媒を白金原子として1~2000ppmとセラミック化剤を5~45重量%含有するシリコンゴムスポンジを製造するには、白金系触媒を白金原子として1~2000ppmとセラミック化剤を5~45重量%含有する発泡性シリコンゴム組成物を常法にしたがって硬化させればよい。

発泡性シリコンゴム組成物が熱硬化性シリコンゴム組成物であるときは、該シリコンゴム組成物の硬化温度以上の温度で、か

つ、発泡剤の熱分解温度以上の温度で硬化させればよい。

発泡性シリコンゴム組成物が脱水素縮合反応により発泡しつつ硬化するものであるときは、室温ないし室温より若干高い温度で硬化させればよい。

成形方式としては、プレス成形、注型成形、押出成形、液状射出成形、トランスファー成形などを発泡性シリコンゴム組成物の症状や目的とする目地用定形シール材の形状に応じて適宜採択すればよい。

目地用定形シール材としてのシリコンゴムスポンジの発泡倍率は、2~5倍が好ましい。2倍未満であると、建築物目地へ挿入しにくくなる傾向があり、5倍を超えるとセラミック化物の強度が低くなる傾向があるからである。

目地用定形シール材の形状は、丸棒状、角棒状、半円柱状、平板状、台形柱状など任意であり、建築物や機器の目地の形状に応じて

適宜変形した形状でもよい。また、その大きさは目地の径より大きく、挿入可能な上限の大きさ以下であればよい。

本発明の定形シール材を適用する建築物目地は、耐火性を有する建材の目地であれば特に限定されず、コンクリート目地、プレキャストコンクリート目地、モルタル目地、石材目地、レンガ目地、ALC目地、タイル目地、金属パネル目地、コンクリートと金属パネルの取り合せ目地、石材と金属パネルの取り合せ目地が例示される。

また、建築用目地以外の目地として車輛、船舶、飛行機、各種機器の目地がある。

#### [実施例]

次に、本発明の実施例を説明する。実施例中、部とあるのは重量部を意味し、可塑度と粘度は25℃における値である。

#### 実施例1

JIS C2123によるウィリアムス可塑度が120(単位1/100mm)で

あり、両末端ジメチルビニルシロキシ基封鎖のジメチルシロキサン・メチルビニルシロキサン共重合体生ゴム（ジメチルシロキサン単位とメルビニルシロキサン単位のモル比は99.8:0.2である）100部、比表面積200㎡/gのヒュームシリカ50部、粘度40CSの両末端水酸基封鎖ジメチルポリシロキサン10部をニーダミキサーにより混練してシリコーンゴム組成物とした。二本ロール上で、このシリコーンゴム組成物160部に塩化白金酸のエタノール溶液（濃度は1重量%である）を白金原子として全体の20ppmとなるような重量、第1表に示すセラミック化剤各所定量、アソビスイソブチロニトリル3.0部および2,4-ジクロロベンゾイルパーオキシサイドのシリコーンオイルペースト（該パーオキシサイドの濃度は50重量%である）を添加して、よく混練してシリコーンゴム

スポンジ組成物とした。

次に、このシリコーンゴムスポンジ組成物をエクストルーダに投入して丸棒状に吐出し、250℃の熱風炉中で3分間加熱して発泡硬化させ、20mm径の丸棒状シリコーンゴムスポンジからなる目地用定形シール材をつくった。比較のため、塩化白金酸、セラミック化剤ともに添加しない以外は上記同様の条件でシリコーンゴムスポンジからなる目地用定形シール材をつくり、また、塩化白金酸とセラミック化剤のいずれかを添加しない以外は上記同様の条件でシリコーンゴムスポンジからなる目地用定形シール材をつくった。

かくして得られた各シリコーンゴムスポンジからなる目地用定形シール材4本を第1図に示すようにA.L.C板の目地に挿入し、JIS A1304「建築構造部分の耐火試験方法」の3項～5項に規

定する条件にて加熱試験を行なった。この際加熱条件は第2図の標準曲線どおりとした。

JIS A1304の5.10項によれば耐火性能の判定基準は次のとおりである。

- ① 目地用定形シール材の裏面温度が260℃を超えないこと。
- ② 加熱中に耐火上及び構造耐力上、有害な変形、破壊、脱落等の変化が生じないこと。
- ③ 加熱中に火炎が通る割れ目が生じないこと。
- ④ 目地用定形シール材が加熱中に著しく発炎せず、加熱終了後10分間以上火気が残存しないこと。

この判定基準に基づいて判定した結果と各試料の発泡倍率とセラミック化状態を第1表に示した。

第1表

内 容		区 分 試 料 名		本 発 明							比 較 例					
				1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
成 分	塩化白金酸（白金原子として ppm）	20	20	20	20	20	20	20		20						
	酸化マグネシウム（部）	30				15	15				30					
	アルミナ（部）		30									30				
	マイカ（部）			30		15		15						30		
	タルク（部）				30		15	15							30	
発 泡 倍 率		2.5	2.3	2.7	2.5	2.5	2.4	2.6	3.2	3.0	2.6	2.4	2.3	2.5		
耐 火 性 能	①120分後の裏面最高温度260℃以下	○	○	○	○	○	○	○	×	×	×	×	×	×	×	
	②加熱中の変形、破壊、脱落なし	○	○	○	○	○	○	○	×	×	×	×	×	×	×	
	③加熱中の割れ目発生なし	○	○	○	○	○	○	○	×	×	×	×	×	×	×	
	④加熱後の火気残存なし	○	○	○	○	○	○	○	×	○	×	×	×	×	×	
セラミック化状況		良好	良好	良好	良好	良好	良好	良好	不良	不良	良好	良好	良好	良好	良好	

注：○は合格を意味する。×は不合格を意味する。

## 実施例 2

粘度12500CSの両末端メチルフェニルビニルシロキシ基封鎖ジメチルポリシロキサン60部、粘度80CSの両末端シラノール基封鎖ジメチルポリシロキサン（シラノール基含有量は4.0重量%である）10部、粘度20CSの両末端トリメチルシロキシ基封鎖メチルハイドロジェンポリシロキサン（ケイ素原子結合水素原子の含有率は1.5重量%である）10部、塩化白金酸とジビニルテトラメチルジシロキサンの錯塩のジビニルテトラメチルジシロキサン溶液（白金原子含有量は0.65重量%である）0.46部、比表面積200 $\text{m}^2/\text{g}$ のフュームドシリカ5部およびマイカ粉末20部を室温においてすばやく混合して、型に流し込み24時間放置することにより、20mm径の丸棒状のシリコーンゴムスポンジ（発泡倍率は3.5倍である）

からなる目地用定形シール材をつくった。

比較のため、マイカ粉末を添加しない以外は上記同様の条件でシリコーンゴムスポンジ（発泡倍率は3.7倍である）からなる目地用定形シール材をつくった。これら目地用定形シール材について実施例1と同様に耐火性能を評価しセラミック化状況を観察して第2表に示した。また、25%圧縮時の100℃、22時間後の圧縮永久歪を測定し第2表に示した。

第 2 表

内 容		区 分 試 料 名	本 発 明	比 較 例
マ イ カ ( 部 )			14	15
耐 火 性 能	①120分後の裏面 最高温度260℃以下		合 格	不 合 格
	②加熱中の変形・破壊・ 脱落なし		合 格	不 合 格
	③加熱中の割れ目 発生なし		合 格	不 合 格
	④加熱後の火気残存 なし		合 格	不 合 格
セラミック化状況			良 好	不 良
圧縮永久歪(%)			10	15

## 〔 発 明 の 効 果 〕

本発明の目地用定形シール材は、白金系触媒を白金原子として1~2000ppmとセラミック化剤を5~45重量%含有するシリコーンゴムスポンジからなるので、下記の特徴を有する。

- (1) 目地に挿入しやすく、挿入後は圧縮永久歪を生じにくいので長期間目地から脱落しない。
- (2) 火災時に高温に曝露された場合に、燃焼しにくく、かつ、セラミック化するので、目地から脱落等せずシール性能を維持する、すなわち、耐火性がすぐれている。

## 4. 図面の簡単な説明

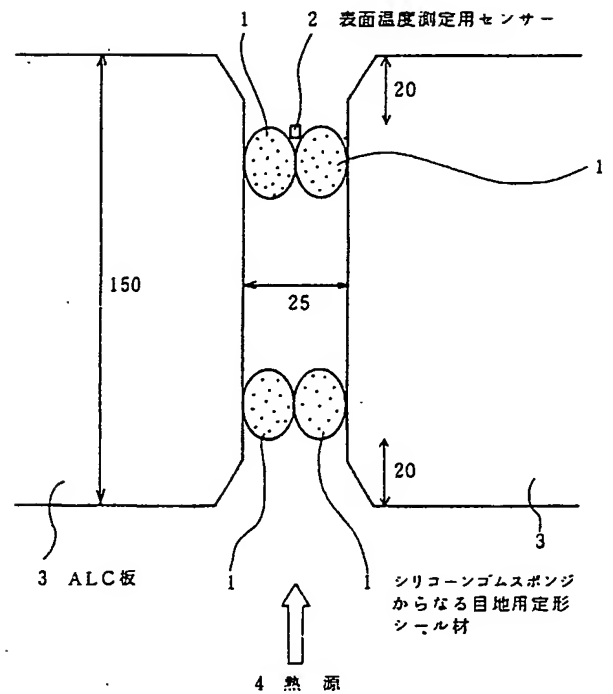
第1図はシリコーンゴムスポンジからなる目地用定形シール材についてJIS A1304にしたがい加熱試験している状態図であり、図中の数字は長さ(単位mm)を示しており、第2図は、前記加熱試験における標準曲線を示すグラフである。



- 1…シリコンゴムスポンジからなる目地用定形シール材
- 2…表面温度測定用センサー
- 3…ALC板
- 4…熱源

特許出願人  
トーレ・シリコン株式会社

第 1 図



第 2 図

